

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-306405

(43)公開日 平成6年(1994)11月1日

(51)Int.Cl.<sup>5</sup>

B 2 2 F 1/02

H 0 1 F 41/02

識別記号

E

庁内整理番号

D 8019-5E

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数 9 F D (全 4 頁)

(21)出願番号

特願平5-120771

(22)出願日

平成5年(1993)4月24日

(71)出願人 392018942

株式会社イーアールデイ

静岡県浜松市下江町413番地

(72)発明者 鳥居 道寛

静岡県浜松市富塚町3876-3

(72)発明者 奥田 正直

静岡県浜松市富塚町1864-11-10-501

(72)発明者 池田 喜和

静岡県湖西市入出469-14

(54)【発明の名称】 複合圧粉磁芯の製造方法

(57)【要約】

【目的】 金属磁性粉末の持つ磁気特性を損なうことなく、広い周波数帯で低損失の特性を呈する圧粉磁芯を製造する。

【構成】 鉄、鉄合金、又はアモルファス磁性合金の粉末の表面に磁性酸化物からなる高抵抗層を形成し、それら表面処理した粒子、もしくはそれら表面処理した粒子の混合物に、無機結合剤又は有機結合剤を加えて圧縮成形する。特に、アスペクトレシオが1:3以上で、且つ短軸方向厚さが75 $\mu$ m以下の鱗片状粒子が好ましい。鱗片化にはロールミル法やスタンピング法等を用いる。粒子の形状異方性を利用して成形時に磁場配向させたり、圧延により配向させることもできる。圧延シートは打ち抜き成形できるし、その打ち抜き品の積層成形も可能である。マンドレールに巻き付けることにより円筒状又はリング状に成形できる。更に湿式法で粒子を配向させることも可能である。

BEST AVAILABLE COPY

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 鉄、鉄合金、又はアモルファス磁性合金の粉末の表面に磁性酸化物からなる高抵抗層を形成し、それら表面処理した粒子、もしくはそれら表面処理した粒子の混合物に、無機結合剤又は有機結合剤を加えて圧縮成形することを特徴とする複合圧粉磁芯の製造方法。

【請求項2】 鉄、鉄合金、又はアモルファス磁性合金の粉末は、アスペクトレシオが1:3以上で、且つ短軸方向厚さが75 $\mu$ m以下の鱗片状であり、成形時に磁場を印加して、磁路方向に粒子長軸面を配向させる請求項2記載の複合圧粉磁芯の製造方法。

【請求項3】 鉄、鉄合金、又はアモルファス磁性合金からなり、アスペクトレシオが1:3以上で、且つ短軸方向厚さが75 $\mu$ m以下の鱗片状粉末の表面に、磁性酸化物からなる高抵抗層を形成し、それら表面処理した粒子、もしくはそれら表面処理した粒子の混合物に、有機結合剤を混合したコンパウンドをロールにより圧延し、シート状に成形して、粒子の形状異方性によってシート面方向に粒子面を配向させることを特徴とする複合圧粉磁芯の製造方法。

【請求項4】 請求項3で作製したシートを、プレスを用いて打ち抜き成形する複合圧粉磁芯の製造方法。

【請求項5】 請求項4で打ち抜き成形した成形品を、複数枚積層一体化して二次成形する複合圧粉磁芯の製造方法。

【請求項6】 請求項3で作製したシートを、マンドレールに巻き付けて円筒状又はリング状に成形する複合圧粉磁芯の製造方法。

【請求項7】 鉄、鉄合金、又はアモルファス磁性合金からなり、アスペクトレシオが1:3以上で、且つ短軸方向厚さが75 $\mu$ m以下の鱗片状粉末の表面に、磁性酸化物からなる高抵抗層を形成し、それら表面処理した粒子、もしくはそれら表面処理した粒子の混合物に、結合剤と水を加え、その混合流体を金型内で沈降させて粒子面を揃え、脱水後、圧縮成形することを特徴とする複合圧粉磁芯の製造方法。

【請求項8】 沈降脱水時及び／又は圧縮成形時に磁場を印加して配向させる請求項7記載の複合圧粉磁芯の製造方法。

【請求項9】 請求項1乃至8で得た成形品を、200 $^{\circ}$ C～850 $^{\circ}$ Cで熱処理、又は熱間圧縮処理する複合圧粉磁芯の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、圧粉磁芯の製造方法に関するものである。更に詳しく説明すると、本発明は、表面に磁性酸化物の高抵抗層を形成した鉄、鉄合金、アモルファス磁性合金の粒子に結合剤を加えて成形する複合圧粉磁芯の製造方法に関するものである。この技術によれば、高飽和磁束密度、高透磁率、低損失で、且つ広

い周波数帯域で使用しうる磁芯を製造できる。

## 【0002】

【従来の技術】一般に圧粉磁芯は、粉末磁性材料を結合剤を用いて固体化することによって製造する。特に高周波用ノイズサプレッサやスイッチング電源の平滑用チョークコイルとして用いられる圧粉磁芯では、高透磁率を持つ金属磁性粉末の各粒子表面に樹脂による絶縁被膜を形成することもある。これは、磁性材料の渦電流損が周波数の2乗に比例して増大するので、各粉末粒子の表面に絶縁被膜を形成することで、渦電流の発生を抑制するためである。また、このような絶縁被膜を有する磁性粒子を用いると、絶縁被膜を形成していない場合に比べて結合剤の充填量を減少させることができるため、その分、磁気特性の向上を図ることができる利点もある。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】上記のような金属磁性粉末を樹脂絶縁物で被覆する方法でも、渦電流損を極力低減するためには、粒子表面をムラなく覆う必要があり、そのためには、ある程度の厚みの樹脂層が必要となる。しかし、その樹脂層は非磁性体であるので、その分、磁気特性の低下は避けられない。つまり粒子間に非磁性樹脂絶縁層が介在するために、圧粉磁芯全体としては金属磁性粉末のもつ本来の優れた磁気特性よりもかなり劣った特性となる。更に、樹脂絶縁層を設けると、より特性を向上させるための、高温での歪み取り焼鈍や高密度化のための焼結が行えない。また、磁気特性の向上のため粒子を鱗片状にすると、均一な樹脂被覆が難しくなる。

【0004】本発明の目的は、金属磁性粉末の持つ磁気特性を損なうことなく、広い周波数帯で低損失の特性を呈する圧粉磁芯を製造する方法を提供することである。

## 【0005】

【課題を解決するための手段】本発明は、鉄、鉄合金、又はアモルファス磁性合金の粉末の表面に磁性酸化物からなる高抵抗層を形成し、それら表面処理した粒子、もしくはそれら表面処理した粒子の混合物に、無機結合剤又は有機結合剤を加えて圧縮成形する複合圧粉磁芯の製造方法である。これら鉄、鉄合金、又はアモルファス磁性合金の粉末としては、アスペクトレシオが1:3以上で、且つ短軸方向厚さが75 $\mu$ m以下の鱗片状が好ましい。ここで「アスペクトレシオ」とは、扁平状粒子の短軸方向長さ（厚さ）と長軸方向長さの比をいう。粒子形状を鱗片化（扁平化）するには、ロールミルを用いる方法の他、スタンピング法などを用いる。このような鱗片状粒子は、成形時に磁場を印加することにより、磁路方向に粒子長軸面を配向させることができる。

【0006】また、このような鱗片状粒子に有機結合剤を混合したコンパウンドをロールにより圧延してシート状に成形することにより、粒子の形状異方性を利用してシート面方向に粒子面を配向させることもできる。この

シートは、プレスを用いて打ち抜き成形することができるし、その打ち抜いたものを複数枚積層して二次成形することもできる。またシートを、マンドレールに巻き付けることにより円筒状又はリング状に成形できる。更に前記鱗片状の粒子に、結合剤と水を加え、その混合流体を金型内で沈降させて粒子面を揃え、脱水後、圧縮成形することも可能であるし、沈降脱水時及び／又は圧縮成形時に磁場を印加してもよい。

【0007】上記のようにして得た成形品を、金属磁性粉末を形成する磁性金属の特性に応じて、200℃～850℃で熱処理（歪み取りのための焼鈍）、又は熱間圧縮処理することで磁気特性の向上を図ることができる。粉末表面に形成する磁性酸化物層がニッケル亜鉛系フェライトの場合には、化学量論的な酸素分圧は空气中で安全であるが、マンガニ亜鉛系フェライト及び鉄亜鉛系フェライトの場合には、温度により酸素分圧の調整が必要となる。更に高密度化し磁気特性の改善を行うためには、ホットアイソスタティック・プレスによる高密度化並びに熱間プレスによる高密度化を図る。

【0008】金属磁性粉末材料としては、電解鉄、アトマイズ鉄粉、還元鉄粉、パーマロイ系合金、アルミニウム・ケイ素を含むセンダスト系合金、アモルファス合金等、応用面の所望特性に応じて適宜選択する。例えば、鉄、鉄・ニッケル、鉄・コバルトを基本成分とし、半金属としてリン、炭素、ホウ素、ケイ素の少なくとも1種を用い、更に必要に応じてアルミニウム、チタン、クロム、マンガニ、モリブデン、タンタル、バナジウム、ジルコニウム、銅、ニオブ、タングステン、タリウム、レニウム、希土類元素の少なくとも1種を用いる。金属磁性粉末の表面に磁性酸化物（フェライト）層を形成する手段としては、例えば無電解法により金属亜鉛及び金属マンガンの層を形成し、オートクレープ法及び／又は化学量論的な酸素含有物を持つ不活性ガス雰囲気にて、熱拡散と同時に酸化物化処理を行うことで、金属と密着した薄い磁性フェライト層を形成することができる。また膜厚は、適用する周波数帯と必要とする磁気飽和量によって調整する。

【0009】

【作用】金属磁性粉末の表面に形成した磁性フェライト層の表面抵抗値は、マンガニ亜鉛系の場合は $10^{-1} \sim 10^2 \Omega \cdot \text{cm}$ 、ニッケル亜鉛系の場合は $10^2 \sim 10^4 \Omega \cdot \text{cm}$ となる。この層は、樹脂をコーティングするのと異なり、薄く均一に形成でき、そのため金属粒子間の電気抵抗が増大して高周波領域における渦電流損を抑制し、同時に磁性を有するため磁芯の磁気特性の低下を最小限に防ぐ。特に粒子形状を鱗片状とし、該粒子の長軸方向を磁気回路方向に平行にして配列すると、高周波磁界印加時、磁芯に発生する渦電流は短軸面方向であるので、低減する。また粒子配向によって、鱗片状長軸面がチェーン状に連続した積層状構造体を作ることができ、その

場合は、磁界は粒子の面接触によって連続するので、実効透磁率が著しく向上する。更に粒子の充填率も向上するので、飽和磁束密度も向上する。

【0010】例えば、金型に粒子を充填した後、内部ロッド金型に大電流パルスを供給すると、トロイダル方向に磁界が発生し、粒子は、その形状磁気異方性によって容易磁化方向に配列する。このように磁界により配列した状態で加圧成形することにより、粒子は配向する。あるいはポリビニールブチラル等の有機結合剤と金属磁性粒子とを混練してカレンダーロール等により繰返し圧延すると、粒子は次第に圧延面に対し平行方向に機械的圧力によって整列し配向する。その場合、シートの平面方向が磁化容易面となるので、方向性ケイ素鋼板と同様に、モーターのヨークやトランスコアのようにプレスにより打ち抜き加工を行うことで特性の良好な磁芯が得られるし、マンドレールにシートを巻き付けることでカップレス巻き磁芯が得られる。

【0011】結合剤と水との混合流体を金型に充填し、金属磁性粒子の重力により自然に落下沈降させ粒子面を揃える方法と、金型中のロッドに大電流パルスを供給して磁路構成方向に粒子を配向させる方法のいずれか、またはその組み合わせを採用すると、粒子の形状異方性を利用して配向度を最も上げることができ、完全に近い状態で粒子を容易磁化軸に沿って配列できる。そして粒子面が揃った状態でフィルターを用いて真空脱水し圧縮成形することで、各粒子を容易磁化軸方向に揃えた成形体を作ることができる。

【0012】本発明では、有機・無機の結合剤は、必ずしも電気絶縁性を付与するものである必要はなく（勿論、幾分かは電気絶縁性に寄与する）、単に粒子間の機械的結合強度を確保できればよく、従って少量で足り、高い充填度の磁芯が得られる。このため磁芯は高磁束密度を有し、しかも各粒子は高抵抗絶縁処理がなされ、且つ鱗片状（偏平状）粒子が面接触状態でチェーン状組織体となるので、磁気抵抗が低くなり、高透磁率が高い周波数帯まで保持される。なお低周波帯で使用する場合、変換エネルギーは $\omega B$ となるので、磁束密度の高い材料が望ましく、そのため磁性フェライト層を薄くし粒子径を大きくする。他方、高周波帯で使用する場合は、電力損を低減させるために金属箔状の薄い鱗片状粒子とし、高抵抗のニッケル亜鉛系フェライトで絶縁層を形成する。このようにして所望の特性との整合が可能となる。

【0013】圧粉磁芯を製造するに際しては、加圧成形により金属磁性粉末に加工歪みが発生するので、前記のように、加圧成形後に成形体を熱処理（歪み取り焼鈍）すると、この金属磁性粒子成形体の内部残留歪みを取り除き、磁氣的、電氣的特性が向上する。

【0014】

【実施例】金属磁性粉末として電解鉄粉末をロール法にて圧延して鱗片状粉末とする。この鱗片状粉末は、厚さ

5~12  $\mu\text{m}$ 、面の長さが50~150  $\mu\text{m}$ 程度となるように整粒する。この粉末を硫酸亜鉛水溶液に浸漬し、粉末表面に0.05  $\mu\text{m}$ の金属亜鉛層を形成する。これを水洗後、硫酸ニッケル水溶液に浸漬し、亜鉛層の上に金属ニッケル層を0.07  $\mu\text{m}$ 形成する。そして水洗乾燥後、600℃で熱処理することにより、熱拡散と同時にフェライト化反応を行い、磁性体であると同時に高抵抗層を形成した。

【0015】この粒子に対して、ケイ酸ソーダを6.5重量%、成形潤滑剤としてステアリン酸亜鉛を0.5重量%添加し、外径20mm $\phi$ 、内径10mm $\phi$ 、高さ5mmのリング状にプレス成形した。この成形時に、中央のロッド金型に3000アンペアのパルス電流を供給して、該ロッドを中心とする同心円状に高磁場を発生させた。前記鱗片状粒子は形状磁気異方性をもっているため、磁路に従って容易磁化軸、即ち鱗片状の長軸がチェーン状に連結した配向がなされた。この配向状態のまま上下のパンチで圧縮成形することにより、機械加圧力も加わって、磁路形成方向に面配向した成形体を得られた。なお

成形は、5 ton/cm<sup>2</sup>の圧力で行った。

【0016】この成形体を600℃で120分間熱処理した後測定した結果、10 kHzでの実効透磁率 $\mu_e$ は280、限界周波数は32 MHz、飽和磁束密度は9000 ガウスであった。

【0017】

【発明の効果】本発明は上記のように、金属磁性粉末の表面に磁性酸化物層を形成し、成形する方法であるから、該磁性酸化物層は均一に薄くでき且つ磁性体であるため、金属磁性材料本来の磁気特性が損なわれず、また磁性酸化物層が高抵抗層として作用するため、高周波領域における渦電流損を低減でき、全体として特性の優れた複合（粉末に表面被覆を施した）圧粉磁芯を製造できる。

【0018】特に鱗片状の金属磁性粉末を用いると、その容易磁化軸と形状異方性を利用して整列配向させることができるので、磁気特性のより優れた圧粉磁芯を製造することができる。